

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-64554

(43) 公開日 平成8年(1996)3月8日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/285	S			
	3 0 1 L			
C 2 3 C 14/34	A	8939-4K		

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平6-221046

(22) 出願日 平成6年(1994)8月23日

(71) 出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72) 発明者 木下 真

兵庫県三田市テクノパーク12-6 三菱マ

テリアル株式会社三田工場内

(74) 代理人 弁理士 宮田 和夫 (外1名)

(54) 【発明の名称】 薄膜トランジスタの薄膜形成用スパッタリングターゲット材

(57) 【要約】

【目的】 パーティクル数が少なく、Ta濃度の経時的バラツキの小さい薄膜を形成することができる薄膜トランジスタの薄膜形成用スパッタリングターゲット材を提供する。

【構成】 スパッタリングターゲット材が、Ta: 1~20重量%を含有し、残りがAlと不可避不純物からなる組成、並びに平均粒径: 30 $\mu$ m以下のAl-Taを主体とする金属間化合物が、平均結晶粒径: 30 $\mu$ m以下の再結晶組織の素地中に分散した組織を有する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 Ta: 1~20 重量%を含有し、残りが Al と不可避不純物からなる組成、並びに平均粒径: 30  $\mu\text{m}$  以下の Al: Ta を主体とする金属間化合物が、平均結晶粒径: 30  $\mu\text{m}$  以下の再結晶組織の素地中に分散した組織を有することを特徴とする薄膜トランジスタの薄膜形成用スパッタリングターゲット材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、パーティクル数が少なく、かつ Ta 濃度の経時的バラツキも小さい薄膜の形成が可能な薄膜トランジスタの薄膜形成用スパッタリングターゲット材に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、一般に、例えば特開平 4-99171 号公報、特開平 6-25773 号公報、および特開平 4-323871 号公報に記載されるように、薄膜トランジスタの薄膜をスパッタリング法により形成するに際して、Ta: 1~20 重量%を含有し、残りが Al と不可避不純物からなる組成を有するターゲット材が用いられ、このターゲット材が、前記組成の Al 合金を真空溶解し、水冷鋳型に鋳造してインゴットとし、このインゴットを切削などにて所定形状の板材に加工することにより製造されることも知られている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 一方、近年のスパッタリング技術の進歩はめざましく、これに伴ない、成膜速度が高速化し、かつ成膜面積が拡大化する傾向にあるが、上記の従来ターゲット材を、このような高速成膜および拡大成膜面積の条件下で使用すると、前記従来ターゲット材が実質的に鋳造組織をもつこと、すなわち Al: Ta を主体とする金属間化合物の粒径が 20~100  $\mu\text{m}$  の範囲に亘ってバラツキ、素地の結晶粒径も粗く、不均一であり、さらにピンホールや樹枝状組織も残存することが原因で、成膜中にパーティクルが発生し易く、かつ成膜中の Ta 濃度も経時的にバラツクようになるのを避けることができない。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 そこで、本発明者等は、上述のような観点から、上記従来ターゲット材に着目し、これの品質向上をはかるべく研究を行なった結果、上記従来ターゲット材と同じ組成の Al 合金インゴットに熱間圧延を施して所定形状の板材とし、これに再結晶化熱処理を施すと、この結果の板材は、素地のもつ再結晶組織によって、素地の結晶粒が整粒にして、平均粒径で 30  $\mu\text{m}$  以下の細粒となり、また熱間圧延によって金属間化合物も微細整粒化され、平均粒径で 30  $\mu\text{m}$  以下とすることができるばかりでなく、鋳造組織（樹枝状組織）が破壊され、かつピンホールが消滅することから、これをスパッタリングターゲット材として用いると、薄

膜中のパーティクル数が著しく少なくなると共に、成膜中の Ta 濃度の経時的バラツキも著しく小さなものとなるという研究結果を得たのである。

【0005】 この発明は、上記の研究結果にもとづいてなされたものであって、Ta: 1~20 重量%を含有し、残りが Al と不可避不純物からなる組成、並びに平均粒径: 30  $\mu\text{m}$  以下の Al: Ta を主体とする金属間化合物が、平均結晶粒径: 30  $\mu\text{m}$  以下の再結晶組織の素地中に分散した組織を有する、薄膜トランジスタの薄膜形成用スパッタリングターゲット材に特徴を有するものである。

【0006】 なお、この発明のスパッタリングターゲット材において、Ta の含有量を 1~20 重量%としたのは、その含有量が 1 重量%未満では、Ta によって薄膜にもたらされる耐ストレスマイグレーション性および耐食性の向上に所望の効果が得られず、一方その含有量が 20 重量%を越えると、薄膜の電気抵抗が急激に増大するようになるという理由からであり、また金属間化合物および素地の結晶粒の平均粒径を 30  $\mu\text{m}$  以下としたのは、これを越えた平均粒径になると、ピンホールおよび樹枝状組織の共存と相まってパーティクルの発生および Ta 濃度の経時的バラツキが急激に増大するようになるという理由にもとづくものである。

## 【0007】

【実施例】 つぎに、この発明のスパッタリングターゲット材を実施例により具体的に説明する。真空度を  $1 \times 10^{-4}$  torr 以下とした真空溶解炉で表 1 に示される Ta 含有量の Al 合金溶湯を溶製し、鉄製鋳型に鋳造して平面寸法: 200mm $\times$ 200mm、厚さ: 40mm のインゴットとし、このインゴットに、大気中、550~600℃の範囲内の所定温度に加熱後、5 パスの圧延を 1 サイクルとし、これを 3 回繰り返す熱間圧延を施して、厚さ: 8mm の圧延板とし、引続いてこの圧延板に、大気中、表 1 に示される温度に 1 時間保持の再結晶化熱処理を施し、最終的に切削加工にて幅: 300mm $\times$ 厚さ: 5mm $\times$ 長さ: 600mm の寸法に仕上げることににより本発明ターゲット材 1~8 をそれぞれ製造した。また、比較の目的で、同じく真空度を  $1 \times 10^{-4}$  torr 以下とした真空溶解炉で表 1 に示される Ta 含有量の Al 合金溶湯を溶製し、水冷銅鋳型に鋳造して幅: 315mm $\times$ 厚さ: 8mm $\times$ 長さ: 620mm のインゴットとし、これを同じく切削加工にて同じ寸法に仕上げることににより従来ターゲット材 1~5 をそれぞれ製造した。

【0008】 ついで、この結果得られた各種のターゲット材について、それぞれのターゲット材の任意 5ヶ所の組織を観察し、金属間化合物と素地の結晶粒の最大粒径と最小粒径を測定し、さらに平均粒径も求めた。これらの結果を表 1 に示した。また、これらの各種のターゲット材を、それぞれ純 In はんだを用い、大気中、温度: 180℃ に 20 分間保持の条件で無酸素銅製バックینگ

3

プレートにはんだ付けした状態で、直流マグネトロンスパッタリング装置に装入し、真空度： $2 \times 10^{-4}$  Torrを保持しながら、5ml/minのAr気流中、10KWの出力でスパッタリングを行ない、直径：100mmのガラス基板表面への厚さ：1500オングストロームの薄膜形成を10回行なった。この結果得られた10枚の薄膜のそれぞれについて、パーティクルカウンタを用い、直 \*

4

\*径：0.5 $\mu$ m以上の粗大パーティクル数を測定し、さらに薄膜中心部のTa含有量を測定した。この測定結果を表2に平均値で示すと共に、Ta含有量については最高値および最低値も示した。

【0009】

【表1】

種 別	Ta含有量 (重量%)	再結晶化 熱処理温度 (℃)	金 属 間 化 合 物			栄 煌 の 結 晶 粒		
			平均粒径 ( $\mu$ m)	最大粒径 ( $\mu$ m)	最小粒径 ( $\mu$ m)	平均粒径 ( $\mu$ m)	最大粒径 ( $\mu$ m)	最小粒径 ( $\mu$ m)
本発明ターゲット材	1	500	15	20	10	17	22	12
	2		17	23	10	15	20	10
	3	450	16	22	10	11	14	7
	4		19	26	12	13	17	9
	5	550	25	32	18	15	19	10
	6	600	28	36	20	18	23	13
従来ターゲット材	7	500	22	29	14	11	15	7
	8		26	35	17	8	11	5
	1	-	62	81	42	97	122	72
	2		84	105	63	70	92	51
	3		105	130	80	55	71	37
	4		142	174	100	48	63	32
	5		181	226	129	37	48	26

【0010】

【表2】

種 別		薄 膜			
		パ ー テ ィ ク ル 数 ( 個 )	T a 含 有 量 ( 重 量 % )		
			平 均 値	最 高 値	最 低 値
本 発 明 タ ー ゲ ッ ト 材	1	3	1 . 0	1 . 1	0 . 9
	2	4	5 . 2	5 . 4	5 . 0
	3	4	9 . 4	9 . 7	9 . 0
	4	3	9 . 4	9 . 8	9 . 0
	5	4	9 . 3	9 . 7	9 . 1
	6	3	9 . 4	9 . 8	9 . 1
	7	5	1 4 . 4	1 4 . 8	1 3 . 9
	8	5	1 9 . 1	1 9 . 6	1 8 . 6
従 来 タ ー ゲ ッ ト 材	1	3 2	0 . 9	1 . 2	0 . 6
	2	3 8	4 . 7	5 . 3	4 . 2
	3	4 5	9 . 8	1 0 . 8	9 . 1
	4	4 8	1 3 . 9	1 5 . 2	1 2 . 6
	5	5 1	1 8 . 9	2 0 . 8	1 7 . 1

## 【0011】

【発明の効果】表1、2に示される結果から、本発明ターゲット材1～8は、いずれも金属間化合物および素地の結晶粒が平均粒径で30 $\mu$ m以下の微細組織を有し、かつピンホールや樹枝状組織がほとんど存在しないことから、スパッタ中に異常放電が発生することなく、成膜面積が上記の通り広いにもかかわらず、パーティクル数がきわめて僅かで、Ta含有量の経時的バラツキも著しく小さい薄膜を形成することができるのに対して、従来ターゲット材1～5では、金属間化合物および素地の結晶粒が相対的に粗粒で、粒径のバラツキも大きく、さ

らに鑄造組織をもつことから、ピンホールおよび樹枝状晶が存在し、スパッタ中に異常放電が発生するのが避けられず、このため形成された薄膜中にはパーティクルが多く発生し、かつTa含有量の経時的バラツキも相対的に大きなものとなることが明らかである。上述のように、この発明のスパッタリングターゲット材によれば、広い成膜面積は勿論のこと、高速成膜でもパーティクル発生がきわめて少なく、かつTa含有量の経時的バラツキが著しく小さい薄膜を形成することができるのである。

PARTIAL TRANSLATION OF JAPANESE UNEXAMINED PATENT PUBLICATION  
(KOKAI) NO. 8-064554

Title of the Invention: Sputtering Target Material for  
Forming Thin Film of the Film  
Transistor

Publication Date: March 8, 1996

Patent Application No.: 6-221046

Filing Date: August 23, 1994

Applicants: MITSUBISHI MATERIAL CORP.

種別	Ta含有量 (重量%)	再結晶化 熱処理温度 (℃)	金属間化合物			素地の結晶粒		
			平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	最大粒径 ( $\mu\text{m}$ )	最小粒径 ( $\mu\text{m}$ )	平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	最大粒径 ( $\mu\text{m}$ )	最小粒径 ( $\mu\text{m}$ )
本発明タ iゲ ット材	1	1.1	15	20	10	17	22	12
	2	5.4	17	23	10	15	20	10
	3	9.7	16	22	10	11	14	7
	4		19	26	12	13	17	9
	5		25	32	18	15	19	10
	6		28	36	20	18	23	13
	7	14.8	22	29	14	11	15	7
	8	19.8	26	35	17	8	11	5
従来タ iゲ ット材	1	1.2	62	81	42	97	122	72
	2	5.1	84	105	63	70	92	51
	3	10.3	105	130	80	55	71	37
	4	14.6	142	174	100	48	63	32
	5	19.7	181	226	129	37	48	26

1: Classification

2: Target (the present invention)

3: Target (prior art)

4: Ta content (wt%)

5: Recrystallized Temperature (°C)

6: Intermetallic compound

7: Substrate

8: Average grain size ( $\mu\text{m}$ )

9: Max. grain size ( $\mu\text{m}$ )

10: Min. grain size ( $\mu\text{m}$ )

Table 1

種 別		薄		膜	
		パーティクル数 (個)	T a 含有量 (重量%)		
			平 均 値	最 高 値	最 低 値
本発明ターゲット材	1	3	1.0	1.1	0.9
	2	4	5.2	5.4	5.0
	3	4	9.4	9.7	9.0
	4	3	9.4	9.8	9.0
	5	4	9.3	9.7	9.1
	6	3	9.4	9.8	9.1
	7	5	14.4	14.8	13.9
	8	5	19.1	19.6	18.6
従来ターゲット材	1	32	0.9	1.2	0.6
	2	38	4.7	5.3	4.2
	3	45	9.8	10.8	9.1
	4	48	13.9	15.2	12.6
	5	51	18.9	20.8	17.1

Table 2  
Reference 8

- 1 : Classification
- 2 : Target (the present invention)
- 3 : Target (prior art)
- 4 : Thin film
- 5 : Number of particles
- 6 : Ta content (wt%)
- 7 : Average grain size ( $\mu\text{m}$ )
- 8 : Max. grain size ( $\mu\text{m}$ )
- 9 : Min. grain size ( $\mu\text{m}$ )





## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 08064554 A

(43) Date of publication of application: 08 . 03 . 96

(51) Int. Cl.

H01L 21/285

H01L 21/285

C23C 14/34

(21) Application number: 06221046

(71) Applicant: MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22) Date of filing: 23 . 08 . 94

(72) Inventor: KINOSHITA MAKOTO

(54) SPUTTERING TARGET MATERIAL FOR  
FORMING THIN FILM OF THIN FILM  
TRANSISTOR

(57) Abstract:

PURPOSE: To provide a sputtering target material for forming the thin film of a thin film transistor, capable of forming a thin film which has a small number of particles and has little irregularity with time in a Ta concentration.

CONSTITUTION: A sputtering target material has a composition which contains 1 to 20wt.% of Ta with the remnant of Al and irreversible impurities, and has a structure in which an intermetallic compound containing  $Al_3Ta$  of a mean particle diameter of  $30\mu m$  or smaller as its main component, is dispersed in a base of a recrystallization texture of a mean crystal grain diameter of  $30\mu m$  or smaller.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO